

PAT-NO: JP411029857A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11029857 A  
TITLE: POLYCRYSTALLINE MAGNESIUM OXIDE VAPOR  
DEPOSITION MATERIAL AND ITS PRODUCTION  
PUBN-DATE: February 2, 1999

INVENTOR-INFORMATION:  
NAME  
SASAKI, HIROSHI  
TAKENOUCHI, TAKEYOSHI

ASSIGNEE-INFORMATION:  
NAME COUNTRY  
MITSUBISHI MATERIALS CORP N/A

APPL-NO: JP09186126  
APPL-DATE: July 11, 1997

INT-CL (IPC): C23C014/34, C01F005/02 , C04B035/04 , G02F001/1333 ,  
G09F009/00 , G09F009/30

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To practically prevent the occurrence of splash even in the case of vapor deposition by an electron beam process and to form an MgO film to nearly uniform thickness.

SOLUTION: The polycrystalline MgO vapor deposition material is composed of a sintered pellet 11 of polycrystalline MgO having  $\geq 99.5\%$  MgO purity and  $\geq 96\%$  relative density. This pellet 11 is so formed that it is edgeless or has a round edge. Further, the crystalline grain size of the pellet 11 is regulated to 1 to 500  $\mu\text{m}$ . Moreover, the amounts of impurities,

each by  
element concentration, contained in the pellet 11 are as follows: Si,  
&le;200  
ppm; Al, &le;200 ppm; Ca, &le;250 ppm; Zr, &le;150 ppm; Fe, &le;50  
ppm; Cr,  
&le;10 ppm; V, &le;10 ppm; Ni, &le;10 ppm; Na, &le;20 ppm; K, &le;20  
ppm; C  
&le;70 ppm.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-29857

(43) 公開日 平成11年(1999) 2月2日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 2 3 C 14/34

C 2 3 C 14/34

A

B

C 0 1 F 5/02

C 0 1 F 5/02

C 0 4 B 35/04

G 0 2 F 1/1333

G 0 2 F 1/1333

G 0 9 F 9/00

3 4 2 C

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平9-186126

(22) 出願日

平成9年(1997) 7月11日

(71) 出願人 000006264

三菱マテリアル株式会社

東京都千代田区大手町1丁目5番1号

(72) 発明者 佐々木 博

埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱

マテリアル株式会社総合研究所内

(72) 発明者 竹之内 武義

埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱

マテリアル株式会社総合研究所内

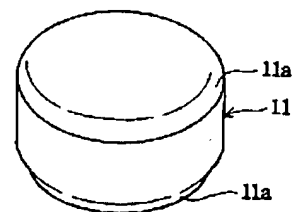
(74) 代理人 弁理士 須田 正義

(54) 【発明の名称】 多結晶MgO蒸着材及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】電子ビーム法にて蒸着しても、スプラッシュが殆ど発生せずかつ成膜されるMgO膜の厚さを略均一に形成できる。

【解決手段】本発明の多結晶MgO蒸着材はMgO純度が99.5%以上かつ相対密度が96%以上の多結晶MgOの焼結体ペレット11からなり、このペレット11がエッジレスに又はエッジに丸みを付けて形成される。またペレット11の結晶粒径は1~500 $\mu$ mである。更にペレット11に含まれる、Si及びAlの不純物がそれぞれ元素濃度で200ppm以下、Caの不純物が元素濃度で250ppm以下、Zrの不純物が元素濃度で150ppm以下、Feの不純物が元素濃度で50ppm以下、Cr、V及びNiの不純物がそれぞれ元素濃度で10ppm以下、Na及びKの不純物がそれぞれ元素濃度で20ppm以下、Cの不純物が元素濃度で70ppm以下である。



11 焼結体ペレット

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 MgO純度が99.5%以上かつ相対密度が96%以上の多結晶MgOの焼結体ペレット(11,31,51,71)からなり、前記ペレット(11,31,51,71)がエッジレスに又はエッジに丸みを付けて形成された多結晶MgO蒸着材。

【請求項2】 多結晶MgOの焼結体ペレットの結晶粒径が1~500 $\mu$ mである請求項1記載の多結晶MgO蒸着材。

【請求項3】 多結晶MgOの焼結体ペレットに含まれる、Si及びAlの不純物がそれぞれ元素濃度で200ppm以下であり、Caの不純物が元素濃度で250ppm以下であり、Zrの不純物が元素濃度で150ppm以下であり、Feの不純物が元素濃度で50ppm以下であり、Cr、V及びNiの不純物がそれぞれ元素濃度で10ppm以下であり、Na及びKの不純物がそれぞれ元素濃度で20ppm以下であり、Cの不純物が元素濃度で70ppm以下である請求項1又は2記載の多結晶MgO蒸着材。

【請求項4】 純度が99.5%以上で平均粒径が0.1~3 $\mu$ mのMgO粉末とバインダと有機溶媒とを混合して濃度が45~75重量%のスラリーを調製する工程と、

前記スラリーを噴霧乾燥して平均粒径が50~300 $\mu$ mの造粒粉末(12,32,52,72)を得る工程と、

前記造粒粉末(12,32,52,72)を金型プレス法によりエッジレスのペレット状に又はエッジに丸みが形成されたペレット状に成形する工程と、

前記ペレット状の成形体(14,34,54,74)を所定の温度で焼結する工程とを含む多結晶MgO蒸着材の製造方法。

【請求項5】 造粒粉末がメカニカルプレス法、タブレットマシン法又はブリケットマシン法のいずれかの金型プレス法によりペレット状に成形された請求項4記載の多結晶MgO蒸着材の製造方法。

【請求項6】 ペレット状の成形体を1250~1350℃の温度で一次焼結した後、昇温して1500~1650℃の温度で二次焼結する請求項4記載の多結晶MgO蒸着材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、AC型のプラズマディスプレイパネルのMgO膜の成膜に適した多結晶MgO蒸着材及びその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】近年、液晶(Liquid Crystal Display: LCD)をはじめとして、各種の平面ディスプレイの研究開発と実用化はめざましく、その生産も急増している。カラープラズマディスプレイパネル(PDP)についても、その開発と実用化の動きが最近活発になっている。PDPは大型化し易く、ハイビジョン用の大画面壁

掛けテレビの最短距離にあり、既に対角40インチクラスのPDPの試作が進められている。PDPは、電極構造の点で金属電極がガラス誘電体材料で覆われるAC型と、放電空間に金属電極が露出しているDC型とに分類される。

【0003】このAC型PDPの開発の当初は、ガラス誘電体層が放電空間に露出していたため、直接放電にさらされ、イオン衝撃のスパッタリングにより誘電体層の表面が変化して放電開始電圧が上昇していた。そのため、高い昇華熱を持つ種々の酸化物をこの誘電体層の保護膜とする試みがなされた。この保護膜は直接放電用のガスと接しているために重要な役割を担っている。即ち、保護膜に求められる特性は、①低い放電電圧、②放電時の耐スパッタリング性、③速い放電の応答性、及び④絶縁性である。これらの条件を満たす材料として、MgOが保護膜に用いられる。このMgOからなる保護膜は、誘電体層の表面を放電時のスパッタリングから守り、PDPの長寿命化に重要な働きをしている。

【0004】現在、AC型PDPの上記保護膜として、単結晶MgOの破砕品を蒸着材とする電子ビーム蒸着法により成膜されたMgO膜が知られている。この電子ビーム蒸着法によるMgO膜は1000オングストローム/分以上の高速で成膜することができる。また成膜されたMgO膜の結晶方位は(111)面に配向した膜が最も低い維持電圧で駆動でき、更に膜中に存在する(111)面の量が増えるほど、二次電子の放出比は増大し、駆動電圧も減少すると言われている。なお上記単結晶MgOの破砕品は純度が98%以上のMgOクリンカや軽焼MgO(1000℃以下で焼結されたMgO)を電弧炉(アーク炉)で溶融することにより、即ち電融によりインゴットとした後、このインゴットから単結晶部を取出して破砕することにより製造される。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかし、上記従来の単結晶MgOの破砕品は直方体であるため、この破砕品を蒸着材として用いた電子ビーム蒸着時に蒸着材のエッジに局所的に高エネルギーが与えられると、蒸着材の飛散(スプラッシュ)が発生し、蒸着効率が低下する不具合があった。このスプラッシュの発生防止には蒸着材の大型化が有効であると考えられているが、単結晶MgOの破砕品は脆弱であるため粉化しやすく、この破砕品を現行の粒径1~5mmより大きな一定のサイズに均一に揃えることが困難であった。また上記従来の単結晶MgOの破砕品を蒸着材として用いた電子ビーム蒸着時に大面積のガラス誘電体層に対してMgO膜を均一に成膜することが難しく、膜厚が均一にならない問題があった。この結果、MgO膜を成膜したガラス誘電体層をPDPに組込んだ場合に、電気的特性、例えば放電開始電圧や駆動電圧が高くなったり或いは変化したりする問題点があった。

【0006】一方、MgOクリンカや軽焼MgOは、海水から得られるMgCl<sub>2</sub>を原料としていることが多く、このMgCl<sub>2</sub>には比較的多くのCa、Si、Fe等の不純物が含まれるため、これらの不純物が単結晶MgO中に残留する。また単結晶MgOの製造過程におけるインゴットでは、このインゴットの中心から表面部に向って連続的に不純物量が増加しており、このため単結晶部の取出し方によって製品の純度が極めて容易に変動してしまい、単結晶MgOの純度の安定性や信頼性を欠く問題点があった。

【0007】これらの点を解消するために単結晶MgOに代えて多結晶MgOを用いる方法も考えられる。しかし種々の焼結助剤の添加により緻密化した高密度の多結晶MgOでは、組織的に結晶粒界に欠陥が存在する問題点があり、また純度を高くすると、密度が低くなる問題点があった。この結果、これらの多結晶MgO蒸着材を用いて電子ビーム蒸着法にてガラス誘電体層にMgO膜を成膜すると、結晶方位の(111)面への配向量が減少し、このガラス誘電体層をPDPに組込んだときの電気的特性が低下するため、多結晶MgOを蒸着材として使用できなかった。

【0008】本発明の目的は、電子ビーム蒸着法にて蒸着しても、スプラッシュを発生させずに高速でかつ均一に成膜できる多結晶MgO蒸着材及びその製造方法を提供することにある。本発明の別の目的は、成膜されたMgO膜の膜特性を向上できる多結晶MgO蒸着材及びその製造方法を提供することにある。本発明の更に別の目的は、焼結体ペレットが粉化せず、また焼結体ペレットの強度及び密度を向上でき、更に焼結体ペレットを電子ビーム蒸着装置に一定量供給できる多結晶MgO蒸着材及びその製造方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】請求項1に係る発明は、図1に示すように、MgO純度が99.5%以上かつ相対密度が96%以上の多結晶MgOの焼結体ペレット11からなり、このペレット11がエッジレスに又はエッジに丸みを付けて形成された多結晶MgO蒸着材である。この請求項1に記載された多結晶MgO蒸着材では、高純度かつ高密度の多結晶MgOの焼結体ペレット11を用いてAC型PDP等のMgO膜を成膜すると、スプラッシュが極めて少なく高速で安定した成膜ができる。また焼結体ペレット11がエッジレスに又はエッジに丸みを付けて形成されるので、エッジが欠けたり或いは割れたりしない。この結果、ペレット11が粉化しないので、スプラッシュの発生は更に少なくなる。従って、膜厚分布を向上できるので、略均一な膜質を有するMgO膜を得ることができる。また焼結体ペレット11の大きさが均一であるので、ペレット11を電子ビーム蒸着装置に一定量ずつ供給でき、ペレット11の粉化等を防止でき、効率良くMgO膜を成膜できる。

【0010】請求項2に係る発明は、請求項1に係る発明であって、更に多結晶MgOの焼結体ペレットの結晶粒径が1~500μmであることを特徴とする。この請求項2に記載された多結晶MgO蒸着材では、上記範囲内の大きささまざまな粒径の結晶がモザイク状に焼結して焼結体ペレットが形成されるため、ペレットの強度及び密度が高くなり、隣接する結晶粒の粒界が密着して粒界における気孔の発生を低減できる。この結果、成膜されたMgO膜は優れた膜特性を有する。

10 【0011】請求項3に係る発明は、請求項1又は2に係る発明であって、更に多結晶MgOの焼結体ペレットに含まれる、Si及びAlの不純物がそれぞれ元素濃度で200ppm以下であり、Caの不純物が元素濃度で250ppm以下であり、Zrの不純物が元素濃度で150ppm以下であり、Feの不純物が元素濃度で50ppm以下であり、Cr、V及びNiの不純物がそれぞれ元素濃度で10ppm以下であり、Na及びKの不純物がそれぞれ元素濃度で20ppm以下であり、Cの不純物が元素濃度で70ppm以下であることを特徴とする。この請求項3に記載された多結晶MgO蒸着材では、成膜されたMgO膜に含まれる不純物が極めて少なくなるので、このMgO膜の膜特性は向上する。

【0012】請求項4に係る発明は、図1及び図2に示すように、純度が99.5%以上で平均粒径が0.1~3μmのMgO粉末とバインダと有機溶媒とを混合して濃度が45~75重量%のスラリーを調製する工程と、スラリーを噴霧乾燥して平均粒径が50~300μmの造粒粉末12を得る工程と、造粒粉末12を金型プレス法によりエッジレスのペレット状に又はエッジに丸みが形成されたペレット状に成形する工程と、ペレット状の成形体14を所定の温度で焼結する工程とを含む多結晶MgO蒸着材の製造方法である。この請求項4に記載された多結晶MgO蒸着材の製造方法では、請求項1に記載されたMgO純度が99.5%以上かつ相対密度が96%以上の多結晶MgOの焼結体ペレット11からなる多結晶MgO蒸着材を得ることができる。また造粒粉末をメカニカルプレス法、タブレットマシン法又はブリケットマシン法のいずれかの金型プレス法によりペレット状に成形し、更にこのペレット状の成形体を1250~1350℃の温度で一次焼結した後、昇温して1500~1650℃の温度で二次焼結することが好ましい。

【0013】

【発明の実施の形態】次に本発明の第1の実施の形態を図面に基いて説明する。図1に示すように、本発明の多結晶MgO蒸着材はMgO純度が99.5%以上、更に好ましくは99.9%以上、かつ相対密度が96%以上、更に好ましくは97.5%以上の多結晶MgOの焼結体ペレット11からなる。またこの焼結体ペレット11はエッジレスの円柱状に形成される、即ち円柱状のペレット11の両端周縁のエッジに斜面11a、11aを

50 レット11の両端周縁のエッジに斜面11a、11aを

れぞれ形成することによりエッジレスの円柱状に形成される。このペレット11の外径は3~15mm、好ましくは4~7mmの範囲内に形成され、高さは1~10mm、好ましくは2~5mmの範囲内に形成される。ペレット11の外径及び高さを上記範囲に限定したのは、成形性が良好で、取扱いに便利だからである。

【0014】またエッジに形成された斜面11aの大きさはC面取り換算で0.2~2mmであることが好ましい。斜面11aの大きさを上記範囲に限定したのは、0.2mm未満ではペレット11のエッジに割れや欠けが発生する恐れがあり、2mmを越えると成形上の不具合があるからである。焼結体ペレット11の結晶粒径は1~500 $\mu$ mの範囲内にいることが好ましい。ペレット11の結晶粒径を1~500 $\mu$ mと限定したのは、この範囲内の大きささまざまな粒径の結晶がモザイク状に焼結するため、ペレット11の強度及び密度が高くなり、隣接する結晶粒の粒界が密着して粒界における気孔の発生を低減できるからである。

【0015】多結晶MgOの焼結体ペレット11に含まれる不純物(Si, Al, Ca, Zr, Fe, Cr, V, Ni, Na, K及びC)の含有量は合計で850ppm以下であることが好ましい。また上記不純物の個別的な含有量は、Si及びAlの不純物がそれぞれ元素濃度で200ppm以下であり、Caの不純物が元素濃度で250ppm以下であり、Zrの不純物が元素濃度で150ppm以下であり、Feの不純物が元素濃度で50ppm以下であり、Cr, V及びNiの不純物がそれぞれ元素濃度で10ppm以下であり、Na及びKの不純物がそれぞれ元素濃度で20ppm以下であり、Cの不純物が元素濃度で70ppm以下であることが好ましい。上記各不純物が元素濃度で上記値を超えると、MgO蒸着材を電子ビーム蒸着法で成膜したガラス基板をパネルに組込んだときに、膜質にばらつきが生じるために、電気的特性、例えば駆動電圧が高くなったり或いは不安定になったりする不具合がある。

【0016】このように構成された多結晶MgO蒸着材の製造方法を図1及び図2に基づいて説明する。まず純度が99.5%以上のMgO粉末とバインダと有機溶媒とを混合して、濃度が45~75重量%のスラリーを調製する。スラリーの濃度を45~75重量%に限定したのは、75重量%を越えると上記スラリーが非水系であるため、安定した造粒が難しい問題点があり、45重量%未満では均一な組織を有する緻密な焼結体ペレット11が得られないからである。即ち、スラリー濃度を上記範囲に限定すると、スラリーの粘度が200~1000cpsとなり、スプレードライヤによる粉末の造粒を安定して行うことができ、更には成形体14の密度が高くなって緻密な焼結体ペレット11の製造が可能になる。

【0017】またMgO粉末の平均粒径は0.1~3 $\mu$

mの範囲内にいることが好ましい。MgO粉末の平均粒径を0.1~3 $\mu$ mと限定したのは、0.1 $\mu$ m未満では、粉末が細かすぎて凝集するため、粉末のハンドリングが悪くなり、45重量%以上の高濃度スラリーを調製することが困難となるためであり、3 $\mu$ mを越えると、微細構造の制御が難しく、緻密な焼結体ペレット11が得られないからである。またMgO粉末の平均粒径を上記範囲に限定すると、焼結助剤を用いなくても所望の焼結体ペレット11が得られる利点もある。バインダとしてはポリエチレングリコールやポリビニルブチラル等を、有機溶媒としてはエタノールやプロパノール等を用いることが好ましい。バインダは0.2~2.5重量%添加することが好ましい。

【0018】またMgO粉末とバインダと有機溶媒との湿式混合、特にMgO粉末と分散媒である有機溶媒との湿式混合は、湿式ボールミル又は攪拌ミルにより行われる。湿式ボールミルでは、ZrO<sub>2</sub>製ボールを用いる場合には、直径5~10mmの多数のZrO<sub>2</sub>製ボールを用いて8~24時間、好ましくは20~24時間湿式混合される。ZrO<sub>2</sub>製ボールの直径を5~10mmと限定したのは、5mm未満では混合が不十分となることからであり、10mmを越えると不純物が増大する不具合があるからである。また混合時間が最長24時間と長いのは、長時間連続混合しても不純物の発生が少ないからである。一方、湿式ボールミルにおいて、鉄芯入りの樹脂製ボールを用いる場合には、直径10~15mmのボールを用いることが好ましい。

【0019】攪拌ミルでは、直径1~3mmのZrO<sub>2</sub>製ボールを用いて0.5~1時間湿式混合される。ZrO<sub>2</sub>製ボールの直径を1~3mmと限定したのは、1mm未満では混合が不十分となることからであり、3mmを越えると不純物が増える不具合があるからである。また混合時間が最長1時間と短いのは、1時間を越えると原料の混合のみならず粉碎の仕事をするため、不純物の発生の原因となり、また1時間もあれば十分に混合できるからである。

【0020】次に上記スラリーを噴霧乾燥して平均粒径が50~300 $\mu$ m、好ましくは50~200 $\mu$ mの造粒粉末12を得た後、この造粒粉末12を金型プレス法によりエッジに斜面11aが形成されたペレット状に成形する。ここで、造粒粉末12の平均粒径を50~300 $\mu$ mと限定したのは、50 $\mu$ m未満では成形性が悪い不具合があり、300 $\mu$ mを越えると成形体12密度が低く強度も低い不具合があるからである。上記噴霧乾燥はスプレードライヤを用いて行われることが好ましい。また金型プレス法としてはメカニカルプレス法が用いられ、メカニカルプレス装置13は図2に詳しく示すように、円筒状の型13aと、この型13aに下方から挿入される下ポンチ13bと、型13aに上方から挿入される上ポンチ13cとを備える。

【0021】このメカニカルプレス装置13の下ポンチ13bの上面周縁及び上ポンチ13cの下面周縁には、成形体14のエッジに斜面14a、14aを形成するためのテーパ面を有するリング13d、13eがそれぞれ形成される。この装置13で造粒粉末12を成形するには、先ず円筒状の型13aに円柱状の下ポンチ13bを下方から挿入した状態で造粒粉末12を上記型13a内に投入し(図2(a))、上ポンチ13cを型13aに上方から挿入して造粒粉末12の圧密を行う(図2(b))。次に上ポンチ13cを抜いた後、下ポンチ13bによりペレット状の成形体14を突上げてこの成形体14を取出す(図2(c))。また上記メカニカルプレス法によるプレス圧力は300~2000kg/cm<sup>2</sup>、好ましくは500~1000kg/cm<sup>2</sup>である。プレス圧を上記範囲に限定したのは、300kg/cm<sup>2</sup>未満では所定の密度が得られず、2000kg/cm<sup>2</sup>を越えると割れや欠けの原因となる層状の亀裂(ラミネーション)が発生するからである。また高圧プレスを用いると、高強度の金型を必要とし成形装置が大型化するため、成形コストが上昇し好ましくない。この原料粉末であるMgO粉末にはバインダが混合されているため、比較的小さな圧力でも十分に強度が高くかつ密度の大きい成形体14を得ることができる。

【0022】更にペレット状の成形体14を所定の温度で焼結する。焼結する前に成形体14を350~620℃の温度で脱脂処理することが好ましい。この脱脂処理は成形体14の焼結後の色むらを防止するために行われ、時間をかけて十分に行うことが好ましい。焼結は1250~1350℃の温度で1~5時間行う一次焼結と、この後に更に昇温して1500~1650℃の温度で1~10時間行う二次焼結とからなる二段焼結により行われる。

【0023】成形体14を先ず一次焼結するために昇温すると、1200℃から焼結が始まり、1350℃で焼結はかなり進む。この温度で一次焼結することにより、粒径が大きくてもその表面と内部との焼結むら(組織構造の差)はなく、1500~1650℃の温度で二次焼結することにより、相対密度が100%に近い焼結体ペレット11が得られる。この結果、本発明の高純度かつ高密度のMgO焼結体ペレット11をプラズマディスプレイパネルに成膜すると、ペレット11がエッジレスであるため、電子ビーム蒸着時のスプラッシュが少なく、膜特性の良好なMgO膜を得られる。

【0024】なお、この実施の形態では、焼結体ペレットのエッジに斜面を形成したが、エッジに丸みを形成してもよい。この場合、エッジの丸みの曲率半径を0.5~2mmに形成することが好ましい。また、この実施の形態では、焼結体ペレットを円柱状に形成したが、エッジに斜面又は丸みを形成すれば、直方体状、立法体状、三角柱状又はその他の形状に形成してもよい。また、上

記二段焼結時の昇温速度を20~30℃/時間と遅くすれば更に緻密化を図ることができる。更に、この実施の形態では、成形体を二段焼結により焼結したが、焼結温度が1500~1650℃の範囲の一段焼結により成形体を焼結してもよい。

【0025】図3及び図4は本発明の第2の実施の形態を示す。この実施の形態では、多結晶MgOの焼結体ペレット31はその両端に略半球状部31a、31aを有する円柱状に形成することにより、エッジレスに形成される。また造粒粉末32を上記形状に成形するには、上記第1の実施の形態と同様にメカニカルプレス法が用いられる。メカニカルプレス装置33は図4に詳しく示すように、円筒状の型33aと、この型33aに下方から挿入される下ポンチ33bと、型33aに上方から挿入される上ポンチ33cとを備える。このメカニカルプレス装置33の下ポンチ33bの上面及び上ポンチ33cの下面は、成形体34の両端に略半球状部34a、34aを形成するための曲面にそれぞれ形成される。この装置33で造粒粉末32を成形するには、第1の実施の形態と同様に、先ず円筒状の型33aに円柱状の下ポンチ33bを下方から挿入した状態で造粒粉末32を上記型33a内に投入し(図4(a))、上ポンチ33cを型33aに上方から挿入して造粒粉末32の圧密を行う(図4(b))。次に上ポンチ33cを抜いた後、下ポンチ33cにより成形体34を突上げて成形体34を取出す(図4(c))。上記以外の構成及び製造方法は第1の実施の形態と同一であるので、繰返しの説明を省略する。なお、この実施の形態では、造粒粉末をメカニカルプレス法で成形したが、造粒粉末を後述するタレットマシン法で成形してもよい。

【0026】図5及び図6は本発明の第3の実施の形態を示す。この実施の形態では、多結晶MgOの焼結体ペレット51が楕円の長軸を中心に回転して形成される回転楕円体状、即ちラグビーボール状に形成される。これによりペレット51はエッジレスに形成される。また造粒粉末52を上記形状に成形するには金型プレス法のうちブリケットマシン法が用いられる。ブリケットマシン53は図6に詳しく示すように、外周面にペレット51の縦割りの半分に相応する形状の第1凹部56aが複数形成され第1保持具56bにより回転可能に保持された第1ロール56cと、外周面に上記第1凹部56aに対向する複数の第2凹部57aが形成され第2保持具57bにより回転可能に保持された第2ロール57cと、第2ロール57cを第1ロール56cに圧接するばね58と、第1及び第2ロール56c、57cの圧接面の上方に設けられ造粒粉末52を上記圧接面に供給可能に貯留するホッパ59とを備える。

【0027】このブリケットマシン53で造粒粉末52を成形するには、第2ロール57cを第1ロール56cに圧接した状態で第1ロール56cを図6の実線矢印の

方向に回転させる。このとき第2ロール57cは第1ロール56cとは反対方向、即ち破線矢印の方向に回転する。この状態でホッパ59に造粒粉末52を貯留すると、ホッパ59内の造粒粉末52が第1及び第2ロール56c、57cの圧接面に供給されて、第1及び第2凹部56a、57a内に入り回転楕円体状に圧密された後に、ロール56c、57cの下方に落下する。上記以外の構成及び製造方法は第1の実施の形態と同一であるので、繰返しの説明を省略する。

【0028】図7及び図8は本発明の第4の実施の形態を示す。この実施の形態では、多結晶MgOの焼結体ペレット71が楕円の短軸を中心に回転して形成される回転楕円体状、いわゆる糖衣錠の錠剤状に形成される。これによりペレット71はエッジレスに形成される。また造粒粉末72を上記形状に成形するには金型プレス法のうちタブレットマシン法が用いられる。タブレットマシン73は図8に詳しく示すように、回転円盤73aの周縁近傍に所定の間隔をあけて設けられた複数の臼73bと、これらの臼73bに下方から挿入された上下動可能な複数の下杵73cと、回転円盤73aの上方に複数の下杵73cに対向して設けられ上下動可能な複数の上杵73dと、所定の位置に到来した臼73b内に造粒粉末72を投入するホッパ73eと、上記所定の位置とは別の位置に到来した下杵73c及び上杵73dを上方及び下方にそれぞれ押付ける下ロール73f及び上ロール73gとを備える。このタブレットマシン73で造粒粉末72を成形するには、回転円盤73aの所定の位置でホッパ73eから臼73b内に造粒粉末72を投入して充填した後、下ロール73f及び上ロール73gにより下杵73c及び上杵73dを臼73b内で互いに近付けて造粒粉末72に強い圧縮力を加える。その後、上杵73dを上方に移動させて下杵73cにより成形体74を押上げる。上記以外の構成及び製造方法は第1の実施の形態と同一であるので、繰返しの説明を省略する。

【0029】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、多結晶MgO蒸着材をMgO純度が99.5%以上かつ相対密度が96%以上の多結晶MgOの焼結体ペレットにより構成し、更にこのペレットをエッジレスに又はエッジに丸みを付けて形成したので、この高純度かつ高密度の多結晶MgOの焼結体ペレットを用いてAC型PDP等のMgO膜を成膜すると、スプラッシュが少なく効率的に成膜でき、略均一な膜厚を有するMgO膜を得ることができる。また焼結体ペレットをエッジレスに又はエッジに丸みを付けて形成することにより、エッジの欠けや割れが発生しないので、ペレットが粉化せず、スプラッシュの発生は更に少なくなる。この結果、MgO膜の成膜面積が大きくても、略均一に成膜することができるので、例えばMgO膜を成膜したガラス誘電体層をPDPに組込んだ場合に、放電開始電圧や駆動電圧を低く一

定にでき、PDPの電気的特性を向上できる。また焼結体ペレットの大きさが均一であるので、ペレットを電子ビーム蒸着装置に一定量ずつ供給でき、ペレットの粉化等を防止でき、効率良くMgO膜を成膜できる。

【0030】また多結晶MgOの焼結体ペレットの結晶粒径を1~500 $\mu$ mに形成すれば、この範囲内の大きささまざまな粒径の結晶がモザイク状に焼結して焼結体ペレットが形成されるため、ペレットの強度及び密度が高くなり、隣接する結晶粒の粒界が密着して粒界における気孔の発生を低減できる。この結果、成膜されたMgO膜は優れた膜特性を有する。また多結晶MgOの焼結体ペレットに含まれる、Si及びAlの不純物をそれぞれ元素濃度で200ppm以下に、Caの不純物を元素濃度で250ppm以下に、Zrの不純物を元素濃度で150ppm以下に、Feの不純物を元素濃度で50ppm以下に、Cr、V及びNiの不純物をそれぞれ元素濃度で10ppm以下に、Na及びKの不純物をそれぞれ元素濃度で20ppm以下に、Cの不純物を元素濃度で70ppm以下にすれば、成膜されたMgO膜に含まれる不純物が極めて少なくなるので、このMgO膜の膜特性は向上する。

【0031】更に純度が99.5%以上で平均粒径が0.1~3 $\mu$ mのMgO粉末とバインダと有機溶媒とを混合して濃度が45~75重量%のスラリーを調製し、このスラリーを噴霧乾燥して平均粒径が50~300 $\mu$ mの造粒粉末を得た後に、この造粒粉末を金型プレス法によりエッジレスのペレット状に又はエッジに丸みが形成されたペレット状に成形し、更にこのペレット状の成形体を所定の温度で焼結すれば、上記MgO純度が99.5%以上かつ相対密度が96%以上の多結晶MgOの焼結体ペレットからなる多結晶MgO蒸着材を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明第1実施形態の多結晶MgOの焼結体ペレットの斜視図。

【図2】造粒粉末をメカニカルプレス法により成形する工程図。

【図3】本発明第2実施形態の多結晶MgOの焼結体ペレットの斜視図。

【図4】造粒粉末をメカニカルプレス法により成形する工程図。

【図5】本発明第3実施形態の多結晶MgOの焼結体ペレットの斜視図。

【図6】造粒粉末を成形するブリケットマシンの断面図。

【図7】本発明第4実施形態の多結晶MgOの焼結体ペレットの斜視図。

【図8】造粒粉末を成形するタブレットマシンの展開構成図。

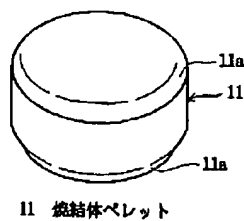
【符号の説明】



11  
11, 31, 51, 71 焼結体ペレット  
12, 32, 52, 72 造粒粉末

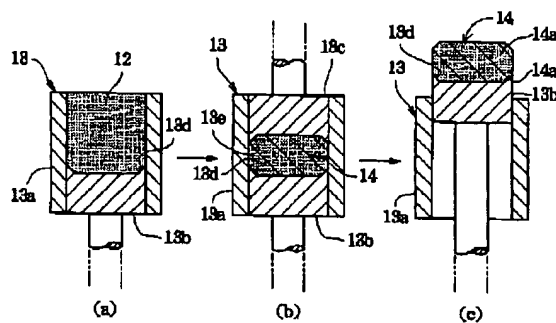
12  
14, 34, 54, 74 成形体

【図1】



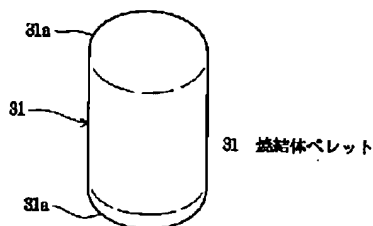
11 焼結体ペレット

【図2】



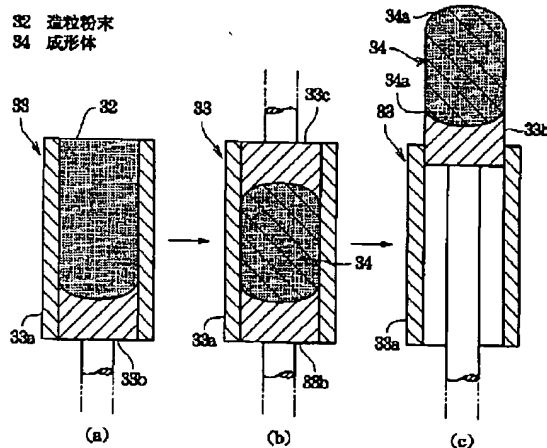
12 造粒粉末  
14 成形体

【図3】



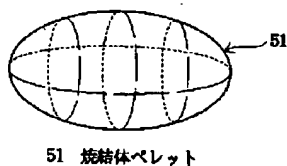
31 焼結体ペレット

【図4】



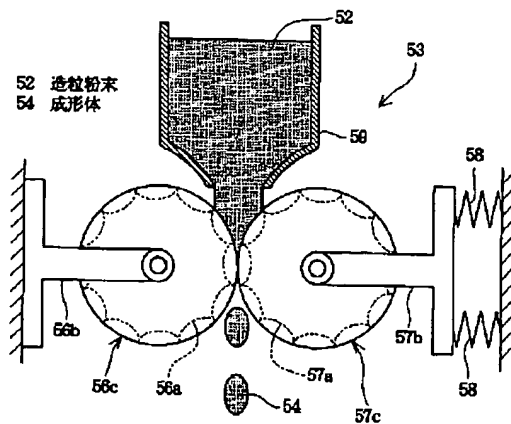
32 造粒粉末  
34 成形体

【図5】



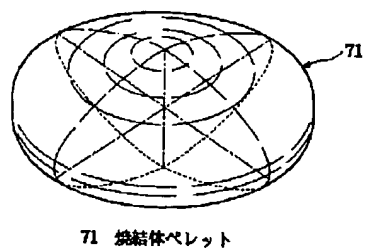
51 焼結体ペレット

【図6】



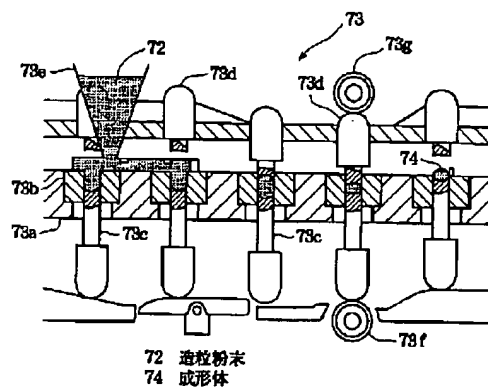
52 造粒粉末  
54 成形体

【図7】



71 焼結体ペレット

【図8】




---

フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>

G 0 9 F 9/00  
9/30

識別記号

3 4 2  
3 4 8

F I

G 0 9 F 9/30  
C 0 4 B 35/04

3 4 8 Z  
Z